

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-033405

(43)Date of publication of application : 09.02.2001

(51)Int.Cl.

G01N 23/20
H01J 49/40
H01L 21/66

(21)Application number : 11-207194

(71)Applicant : SHIMADZU CORP

(22)Date of filing : 22.07.1999

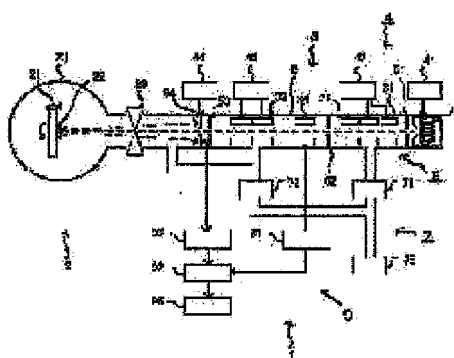
(72)Inventor : NISHIHARA TAKAHARU

(54) ULTRA-THIN MEMBRANE INTERFACE EVALUATING DEVICE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To acquire information on the interfaces of membranes constituted by laminating ultra-thin membranes, to perform easy mounting to a manufacturing device and film forming device, and to analyze and evaluate the interface parts of the membranes at the site.

SOLUTION: In an ultra-thin membrane interface evaluating device 1, an ion source 8 and a coaxial-type detector 94 are coaxially arranged. The ion source 8 utilizes a region between the ion energy region of low-speed ion scattering and the ion energy region of intermediate-speed ion scattering as an ion energy region. The coaxial-type detector 94 detects scattering ions which scatter at angles in the vicinity of 180° with respect to the direction of irradiation of ions. The interface parts of ultra-thin membranes are analyzed and evaluated from the time of flight and detected intensity of the scattering ions.



LEGAL STATUS

Date of request for examination]

Date of sending the examiner's decision of rejection]

Kind of final disposal of application other than the examiner's
decision of rejection or application converted registration]

Date of final disposal for application]

Patent number]

Date of registration]

Number of appeal against examiner's decision of rejection]

Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-33405

(P2001-33405A)

(43) 公開日 平成13年2月9日 (2001.2.9)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テーマコード(参考)

G 0 1 N 23/20

G 0 1 N 23/20

2 G 0 0 1

H 0 1 J 49/40

H 0 1 J 49/40

4 M 1 0 6

H 0 1 L 21/66

H 0 1 L 21/66

Q

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全6頁)

(21) 出願番号

特願平11-207194

(22) 出願日

平成11年7月22日 (1999.7.22)

(71) 出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72) 発明者 西原 隆治

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

株式会社島津製作所内

(74) 代理人 100082304

弁理士 竹本 松司 (外1名)

Fターム(参考) 2G001 AA05 BA14 CA05 GA01 GA06

GA08 GA09 GA13 JA02 JA03

JA04 JA08 JA11 JA14 KA01

LA11 MA05 SA01 SA04

4M106 AA10 AA12 AA20 BA03 CA27

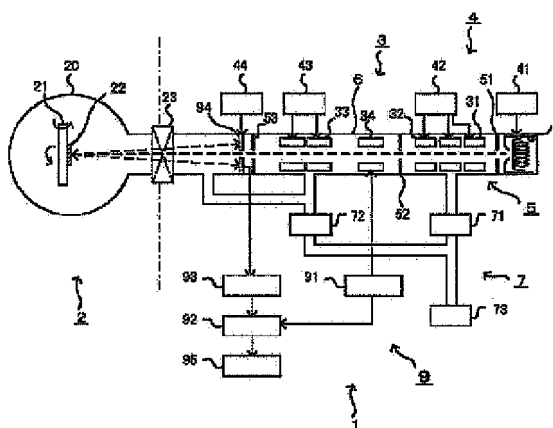
DH01 DH12 DH60

(54) 【発明の名称】 超薄膜界面評価装置

(57) 【要約】

【課題】 超薄膜を積層して構成される薄膜の界面情報を取得する。また、製造装置や成膜装置に簡易に取付けることができ、その場で薄膜の界面部分の分析評価を行う。

【解決手段】 超薄膜界面評価装置1は、イオン源8と同軸型検出器94とを同軸上に配置し、イオン源8は低速イオン散乱のイオンエネルギー領域と中速イオン散乱のイオンエネルギー領域の間をイオンエネルギー領域とし、同軸型検出器94はイオンの照射方向に対して180°の近傍の角度で散乱する散乱イオンを検出し、散乱イオンの飛行時間及び検出強度から超薄膜の界面部分の分析・評価を行う。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 イオン源と同軸型検出器とを同軸上に配置し、前記イオン源は、低速イオン散乱のイオンエネルギー領域と中速イオン散乱のイオンエネルギー領域の間をイオンエネルギー領域とし、前記同軸型検出器は、イオンの照射方向に対して 180° の近傍の角度で散乱する散乱イオンを検出し、前記散乱イオンの飛行時間及び検出強度から超薄膜の界面部分の分析・評価を行う超薄膜界面評価装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、厚さが $1\text{ nm} \sim 2\text{ nm}$ ($10\text{ \AA} \sim 20\text{ \AA}$)の超薄膜の界面を評価する装置に関し、半導体デバイスの製造及び研究開発、ハードディスクの製造及び研究開発、金属薄膜製造、セラミック薄膜及びデバイスの製造及び研究開発等の分野に適用することができるものである。

【0002】

【従来の技術】半導体デバイス、ハードディスク等のデバイスや、金属薄膜、セラミックや半導体の超格子薄膜等を扱う分野では、管理等のために薄膜を分析して組成等を評価している。一般に、半導体、金属、セラミック等の薄膜を分析する方法として、TEM (透過型電子顕微鏡)、SIMS (二次イオン質量分析)、XPS (X線光電子分光)、AES (オージェ電子分光)、RBS (ラザフォード後方散乱)等の種々の分析方法が知られている。従来、薄膜の評価では成膜状態の評価や基板部分の評価が行われており、成膜状態の評価は薄膜の最表面を分析することによって行ない、基板部分の評価は薄膜の深さ方向のバルクの情報を分析することによって行なっている。そして、これらの分析では、上記した各種の分析方法から分析特性に応じて選択して行なっている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】従来の薄膜は基板上に単層の薄膜を形成するものが主であり、その分析・評価は、薄膜の最表面の情報あるいは薄膜の深い部分のバルク情報を分析して行なっている。このような従来の薄膜に対して、近年の薄膜は高機能化に伴って構成が複雑化し、超薄膜を積層して形成した薄膜が用いられている。超薄膜は、その膜厚がおよそ $1\text{ nm} \sim 2\text{ nm}$ ($10\text{ \AA} \sim 20\text{ \AA}$)の薄膜であり、この超薄膜を基板上に複数重ねて積層化させている。この積層化において、異なる元素の層を積層したものはヘテロ超薄膜と呼ばれ、同種の元素の層を積層したものはホモ超薄膜と呼ばれている。このような超薄膜を積層して形成した薄膜では、層間の境界である界面の状態を知ることが求められ、従来の最表面の情報や基板部分等のバルクの情報に加えて、境界部分である界面を評価することが新たに求められている。

【0004】しかしながら、上記した各種の分析方法

は、主に最表面の情報や深い部分における広範囲の情報を得るものであるため、その分析深度及び分析範囲が異なり、新たに求められている境界部分を評価するための界面情報の取得には適していないという問題がある。例えば、TEM (透過型電子顕微鏡)及びSIMS (二次イオン質量分析)は破壊分析であるため、界面の構造を正確に分析し評価することができない。また、XPS (X線光電子分光)、AES (オージェ電子分光)は、表面分析方法としては一般的な方法であるが、その分析深さは数nmであり、数nmの厚さの薄膜が複数積層したヘテロ超薄膜やホモ超薄膜では、最表面の情報のみが得られ、最表面よりも深い部分にある界面の情報を取得することができない。また、RBS (ラザフォード後方散乱)は、試料に照射するイオンのエネルギーが数MeV以上となるため、得られる情報は下地基板の広範囲のバルク情報が支配的となり、数nmの界面の情報は検出感度以下となって検出が不可能である。

【0005】図4は従来の表面分析方法の特性を説明するための概略図である。図4(a)は基板C上に元素Aの薄膜を生成した試料を従来の表面分析方法で分析する状態を示している。XPS (X線光電子分光)、AES (オージェ電子分光)による分析は分析深さが数nmであるため、元素Aの薄膜部分の表面情報aを評価することができる。これに対して、RBS (ラザフォード後方散乱)による分析は分析深さが深く、基板Cにおけるバルク情報cを評価することができる。これに対して、図4(b)は基板C上に元素Aと元素Bの薄膜を積層して生成したヘテロ超薄膜を従来の表面分析方法で分析する状態を示している。XPS (X線光電子分光)、AES (オージェ電子分光)によれば、元素Aの薄膜部分の表面情報aを評価することができ、また、RBS (ラザフォード後方散乱)によれば基板Cのバルク情報cを評価することができるが、元素Aと元素Bの薄膜の境界部分や元素Bと基板C境界部分の界面情報bを評価することはできない。

【0006】また、表面分析の方法としてイオン散乱を用いた分析方法があり、照射するイオンのエネルギーの大きさによって異なる深さの分析を行なっている。従来のイオン散乱による表面分析では、そのイオンエネルギーの大きさによって主に低速イオン散乱と中速イオン散乱あるいは高速イオン散乱の2つが用いられている。図5の概略図で示すように、 $1\text{ keV} \sim 10\text{ keV}$ 程度の低いイオンエネルギーを用いた低速イオン散乱では1～2原子層の最表面を分析し、 100 keV 程度以上のイオンエネルギーを用いた中速イオン散乱あるいは高速イオン散乱(RBS (ラザフォード後方散乱)等)ではバルクを分析している。なお、 1 MeV 程度以上の高いイオンエネルギーを用いたものを高速イオン散乱と呼ぶ。

【0007】このイオン散乱を用いた分析方法においても、分析対象は1～2原子層の最表面の情報あるいはバ

ルック情報であり、新たに求められている薄膜の界面情報の取得には適していないという問題がある。また、上記した試料の界面情報の評価の問題の他に、従来の評価装置は設置に関して問題点がある。半導体デバイス、ハードディスク等のデバイスの製造工程中、あるいは金属薄膜、セラミックや半導体の薄膜の成膜中に薄膜成長の状態を評価する場合には、各製造装置あるいは成膜装置の工程部分において薄膜分析を行なう必要がある。しかしながら、上記した分析手法は、単独の分析装置として構成され製造装置や成膜装置とは別置きとするのが通常である。そのため、薄膜の分析・評価を行うには、各製造装置や成膜装置から分析対象の薄膜を取り出し、別置した分析装置に移動して分析することになるが、分析の迅速性や、分析試料の取り出しに際して給排気を行うことを考慮すると非現実的である。

【0008】また、中速イオン散乱あるいは高速イオン散乱の場合には、高いイオンエネルギーのイオンを発生させるために高圧のイオン源が必要となる。高圧のイオン源は高い絶縁性等の高い電気特性が必要であり、イオン源は大型化することになる。このような大型の評価装置を製造装置や成膜装置に取り付けるには、広いスペースや十分な強度を備えた取り付け治具等が必要となる。従って、従来の評価装置は、製造装置や成膜装置に簡易に取付けることができず、その場で分析評価を行うことができないという問題がある。

【0009】そこで、本発明は前記した従来の問題点を解決し、超薄膜を積層して構成される薄膜の界面情報を取得することができる界面評価装置を提供することを目的とし、また、製造装置や成膜装置に簡易に取付けることができ、その場で薄膜の界面部分の分析評価を行うことができる界面評価装置を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明の超薄膜界面評価装置は、イオン源と同軸型検出器とを同軸上に配置し、イオン源は低速イオン散乱のイオンエネルギー領域と中速イオン散乱のイオンエネルギー領域の間をイオンエネルギー領域とし、同軸型検出器はイオンの照射方向に対して 180° の近傍の角度で散乱する散乱イオンを検出し、散乱イオンの飛行時間及び検出強度から超薄膜の界面部分の分析・評価を行う構成とする。本発明のイオン源は、発生するイオンのイオンエネルギー領域を、低速イオン散乱のイオンエネルギー領域と中速イオン散乱のイオンエネルギー領域の間とすることによって、積層した超薄膜の薄膜の界面情報を取得する。本発明のイオン源のイオンエネルギー領域として、 10 keV から 30 keV 乃至 50 keV とすることができる。また、本発明のイオン源は、上記のイオンエネルギー領域に加えて低速イオン散乱のイオンエネルギー領域をイオンエネルギー領域とすることができ、該イオンエネルギーを順次変えることによって、低速イオン散乱による最表面情報

から界面情報まで、分析対象の最表面から深さ方向に連続した情報を得ることができる。

【0011】本発明の超薄膜界面評価装置は、同軸型直衝突イオン散乱分光装置として知られる分析装置に適用して構成することができる。同軸型直衝突イオン散乱分光装置は、製造装置や成膜装置に取り付けることができ、各工程中の薄膜を評価することができる評価装置として知られている。この同軸型直衝突イオン散乱分光装置は、イオン源と同軸型検出器を同軸上に配置し、イオンの照射方向に対して 180° の近傍の角度で散乱する散乱イオンを同軸型検出器で検出する原子層モニタ装置であり、成膜中の薄膜を評価や、原子種の決定ができるといった特徴を備えている。イオン散乱分光装置は、 $1\text{ keV}\sim 10\text{ keV}$ 程度の低いイオンエネルギーを用いた低速イオン散乱による $1\sim 2$ 原子層の最表面を分析する装置、あるいは 100 keV 程度以上の高いイオンエネルギーを用いた中速イオン散乱あるいは高速イオン散乱によるバルクの分析する装置として、それぞれ別装置として構成する。

【0012】低速イオン散乱による分析を行う同軸型直衝突イオン散乱分光装置と、中速イオン散乱あるいは高速イオン散乱による分析を行うイオン散乱分光装置とは、装置のサイズの点で大きな差がある。これは、中速イオン散乱あるいは高速イオン散乱による分析では、高いイオンエネルギーを要するため、イオン源は高電圧を要すると共に絶縁性等の耐電性を高める必要があり、大型化するためである。従って、中速イオン散乱あるいは高速イオン散乱による分析を行うイオン散乱分光装置は、低速イオン散乱による分析を行う同軸型直衝突イオン散乱分光装置と比較して、イオン源の構成が大型で複雑となり、全体構成も大型となる。そのため、製造装置や成膜装置への取り付けが困難となるという問題がある。そのため、同軸型直衝突イオン散乱分光装置を製造装置や成膜装置に取り付ける場合には、 $1\text{ keV}\sim 10\text{ keV}$ 程度の低いイオンエネルギーを用いる場合が一般的である。

【0013】従って、同軸型直衝突イオン散乱分光装置は装置構成上で、図5の概略図で示すように、 $1\text{ keV}\sim 10\text{ keV}$ 程度の低いイオンエネルギーを用いた低速イオン散乱による $1\sim 2$ 原子層の最表面の分析を行う装置と、 100 keV 程度以上の高いイオンエネルギーを用いた中速イオン散乱あるいは高速イオン散乱によるバルクの分析を行う装置の2つに区分され、この内、絶縁性や装置の大きさ等の点から製造装置や成膜装置に取り付ける場合には、低速イオン散乱による分析が用いられている。従って、従来の同軸型直衝突イオン散乱分光装置を単に適用しただけでは、イオンエネルギー領域が異なるため界面部分の分析・評価を行うことはできず、また、製造装置や成膜装置への適用も容易に行うことはできない。

【0014】そこで、本発明は、界面部分の分析・評価の点と製造装置や成膜装置に取付けの点の2つの条件を同時に満たすために、発生するイオンのイオンエネルギー領域を、低速イオン散乱のイオンエネルギー領域と中速イオン散乱のイオンエネルギー領域の間とするイオン源を用いるものであり、これによって、積層した超薄膜の薄膜の界面情報の取得を可能とする。また、該イオンエネルギー領域を発生するイオン源は、低イオン散乱に用いるイオン源とほぼ同程度の絶縁性によって実現することができ、イオン源の装置サイズもほぼ同程度とすることができ、製造装置や成膜装置に取付けが可能となる。

【0015】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を、図を参照しながら詳細に説明する。図1は本発明の超薄膜界面評価装置の概略を説明するための図である。図1において、超薄膜界面評価装置1は、ゲートバルブ23を介して成膜装置2側（あるいは測定装置）のチャンバ20と接続される。チャンバ20内には、試料移動用のマニピュレータ21上に分析対象である試料22が配置される。なお、チャンバ20内は図示しない排気装置によって排気することができる。超薄膜界面評価装置1は、同軸型直衝突イオン散乱分光装置と同様の構成とすることができる。超薄膜界面評価装置1は、軸方向に延びたケース6に電極3及びその電源4、アパーチャ5、排気系7、イオン源8、及び検出系9を備え、イオン源8と同軸型検出器94とをケース6の同軸上のそれぞれ両端部に配置する。

【0016】アパーチャ5は、ケース6内においてイオン源8側から同軸型検出器94側方向に設けられたアパーチャ51、52、及びチョッピングアパーチャ53を有し、ケース6内を小室に分離している。各小室は排気系7による排気によって減圧される。排気系7はターボ分子ポンプ（TMP）71、72、及び油回転ポンプ（RP）73で構成することができる。ケース6のアパーチャ51で区切られた一方の端部にはイオン源8が設置され、イオン源電源41が接続される。アパーチャ51とアパーチャ52で区切られた小室内には、集束用のレンズ系31やデフレクタ32等のレンズ系が設けられ、レンズ系用電源42が接続される。アパーチャ52とチョッピングアパーチャ53で区切られる小室内には、チョッピング電極34及びステアラ電極33が設けられ、チョッピング電極34にはチョッピングコントローラ91が接続され、ステアラ電極33にはステアラ用電源43が接続される。チョッピング電極34は、イオン源8から放出されたイオンの試料22への照射を制御する電極であり、チョッピングコントローラ91によって制御される。また、ステアラ電極33はビーム位置を調整するためのビーム偏向電極である。

【0017】また、チョッピングアパーチャ53に対し

て試料22側には同軸型検出器94が設けられ、検出器電極44が接続される。同軸型検出器94は、試料22でイオンの照射方向に対してほぼ180°の方向に散乱したイオンを検出し、検出系9によって散乱イオンの飛行時間を測定する。検出系9は、チョッピングコントローラ91、TDC（Time to Digital Converter）92、プリアンプ93、及び制御用コンピュータ95を備える。チョッピングコントローラ91はチョッピング電極34を制御して、イオン源8から放出されたイオンの試料22への照射を制御する装置であり、パルス発生器（例えば10～60nsec間隔のパルスを発生するパルス発生器）で構成することができる。

【0018】チョッピング電極34を通過したイオンは、チョッピングアパーチャ53及び同軸型検出器94の開口部分を通って試料22に到達する。イオンは試料22で散乱する。イオンの照射方向に対してほぼ180°の方向に散乱したイオンは同軸型検出器94で検出され、プリアンプ93で信号増幅された後、TDC92は、チョッピングコントローラ91の制御信号をスタート信号とし、同軸型検出器94の検出信号をストップ信号として、散乱イオンの飛行時間を測定し、制御コンピュータ95で試料の元素同定や薄膜の厚さを分析する。本発明の超薄膜界面評価装置1が備えるイオン源8は、放出するイオンのイオンエネルギーが10keV～30keV（あるいは50keV）程度の低速イオン散乱のイオンエネルギー領域と中速イオン散乱のイオンエネルギー領域の間のイオンエネルギー領域とするものであり、イオン源電源41の電気特性及びイオン源8の絶縁性を該イオンエネルギーに十分な程度とする。

【0019】図2及び図3は、本発明の超薄膜界面評価装置による測定例である。図2は、下地基板C上に膜厚が2nmの元素Bの薄膜と膜厚が3nmの元素Aとを重ねた積層体の試料を示している。なお、ここでは各元素の質量関係は、元素A>元素B>元素Cとしている。図3は、本発明の超薄膜界面評価装置においてイオンとしてHe⁺を用い、図2の試料を分析したときの飛行時間スペクトルを概略的に示している。図3の飛行時間スペクトルによれば、A元素の1層目、A元素の2層目、B元素の1層目、B元素の2層目、C元素の表面ピーク、及びC元素の多重散乱部分が順に検出され、超薄膜の界面（図2では元素Aと元素Bの間、及び元素Bと下地基板Cの間）を分析し、評価することができる。

【0020】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の超薄膜界面評価装置によれば、超薄膜を積層して構成される薄膜の界面情報を取得することができ、また、製造装置や成膜装置に簡易に取付けることができ、その場で薄膜の界面部分の分析評価を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の超薄膜界面評価装置の構成を説明する

ための概略図である。

【図2】本発明の超薄膜界面評価装置による測定例の試料例の概略図である。

【図3】本発明の超薄膜界面評価装置による測定例の飛行時間スペクトル例の概略図である。

【図4】従来の表面分析方法の特性を説明するための概略図である。

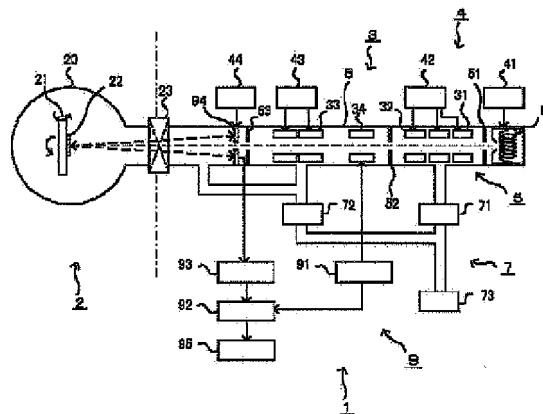
【図5】従来の表面分析のイオンエネルギーの関係を説明するための概略図である。

【符号の説明】

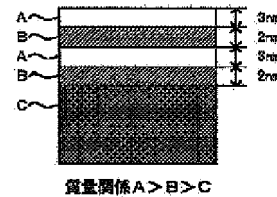
1…超薄膜界面評価装置、2…成膜装置、3…電極、4*

*…電源、5…アパーチャ、6…ケース、7…排気系、8…イオン源、9…検出系、20…チャンバ、21…マニピュレータ、22…試料、23…ゲートバルブ、31…集束レンズ系、32…デフレクタ、33…ステアラ、34…チョッピング電極、41…イオン源電源、42…レンズ系電源、43…ステアラ用電源、44…検出器用電源、51、52…アパーチャ、53…チョッピングアパーチャ、71、72…ターボ分子ポンプ、73…油回転ポンプ、91…チョッピングコントローラ（パルス発生器）、92…TDC、93…プリアンプ、94…同軸型検出器、95…制御用コンピュータ。

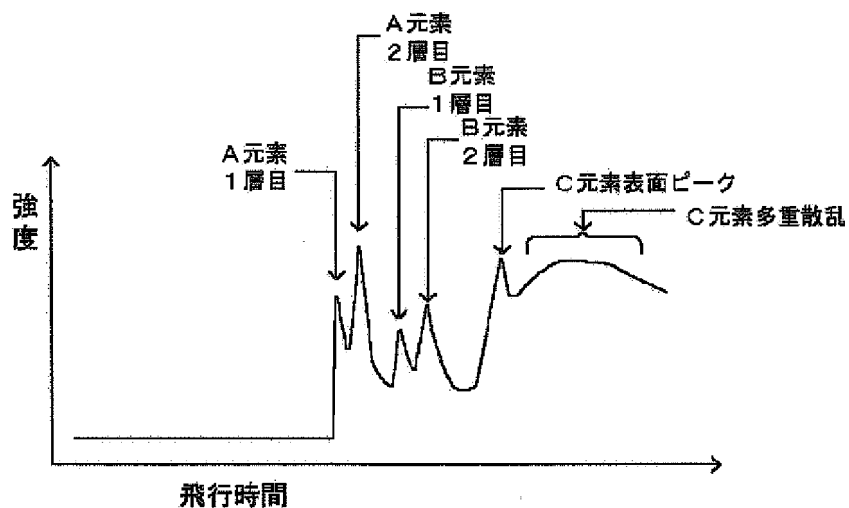
【図1】



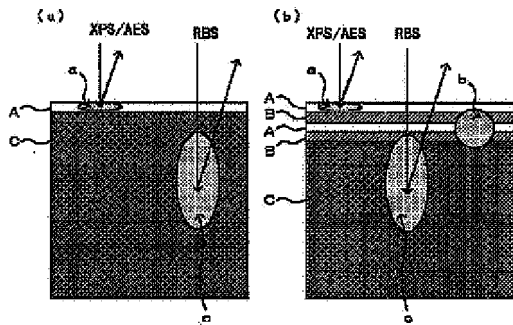
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

